

24.08.00

日 本 国 特 許 庁

PATENT OFFICE
JAPANESE GOVERNMENT

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日
Date of Application:

1999年12月 9日

REC'D 13 OCT 2000

WIPO

PCT

出 願 番 号
Application Number:

平成11年特許願第350004号

出 願 人
Applicant(s):

東レ株式会社

09/830215

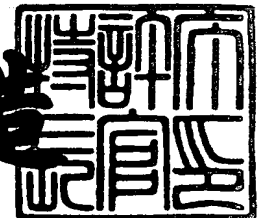
PRIORITY
DOCUMENT

SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

2000年 9月29日

特許庁長官
Commissioner,
Patent Office

及 川 耕 造



出証番号 出証特2000-3078761

【書類名】 特許願

【整理番号】 21E21260-A

【提出日】 平成11年12月 9日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 B29C 55/12

【発明者】

 【住所又は居所】 滋賀県大津市園山 1 丁目 1 番 1 号東レ株式会社滋賀事業
場内

 【氏名】 窪田 啓

【発明者】

 【住所又は居所】 滋賀県大津市園山 1 丁目 1 番 1 号東レ株式会社滋賀事業
場内

 【氏名】 恒川 哲也

【発明者】

 【住所又は居所】 滋賀県大津市園山 1 丁目 1 番 1 号東レ株式会社滋賀事業
場内

 【氏名】 中島 彰二

【特許出願人】

 【識別番号】 000003159

 【住所又は居所】 東京都中央区日本橋室町 2 丁目 2 番 1 号

 【氏名又は名称】 東レ株式会社

 【代表者】 平井 克彦

 【電話番号】 03-3245-5648

【手数料の表示】

 【予納台帳番号】 005186

 【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

 【物件名】 明細書 1

 【物件名】 要約書 1

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 2軸配向フィルムおよび磁気記録媒体

【特許請求の範囲】

【請求項1】 ポリイミド、ポリスルホン、ポリエーテルスルホンの中から選ばれる少なくとも1種の熱可塑性樹脂（ポリマ1）とポリエステル（ポリマ2）とのポリマーアロイからなり、少なくとも1方の表面に突起高さ2～50nmの微細突起を100万～9000万个/mm²有することを特徴とする2軸配向フィルム。

【請求項2】 ポリエステルからなる基層部（B層）の少なくとも一方の最外層に請求項1に記載のフィルム（A層）が積層されてなるフィルムであり、かつA層側の表面の突起高さ50nm以上の突起が0～3000個/mm²有する2軸配向フィルム。

【請求項3】 ポリマ1がポリイミドである請求項1または2に記載の2軸配向フィルム。

【請求項4】 ポリイミドがポリエーテルイミドである請求項3に記載の2軸配向フィルム。

【請求項5】 ポリマ1とポリマ2からなる層の中で、ポリマ1が1～50重量%含有されている請求項1～4のいずれかに記載の2軸配向フィルム。

【請求項6】 2軸配向フィルムの長手方向と幅方向のヤング率の和が10～25（GPa）である請求項1～5のいずれかに記載の2軸配向フィルム。

【請求項7】 2軸配向フィルムの長手方向と幅方向の少なくとも一方の100℃、30分における熱収縮率が0.01～2.0%である請求項1～6のいずれかに記載の2軸配向フィルム。

【請求項8】 請求項1～7のいずれかに記載の2軸配向フィルムの少なくとも片面に磁性層を設けてなる磁気記録媒体。

【請求項9】 磁性層が強磁性金属薄膜である請求項8に記載の磁気記録媒体。

【請求項10】 磁性層が強磁性金属微粉末を結合剤中に分散してなる請求項8に記載の磁気記録媒体。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、従来のポリエステルフィルムの品質、特に表面特性を大幅に向上させた2軸配向フィルムに関する。

【0002】

具体的には、表面に均一な微細突起を有し、かつ粒子の凝集に起因する粗大突起がなく、例えば、磁気記録媒体用、特に高密度記録を必要とするデータストレージ用磁気テープ用ベースフィルムや、コンデンサー用、熱転写リボン用、あるいは感熱孔版印刷原紙用などの各種の工業材料用フィルムとして非常に適した2軸配向ポリエステルフィルムに関するものである。

【0003】

【従来の技術】

ポリエステルフィルムは、他の素材からは得られないような大面積のフィルムの連続生産が可能であり、その強度、耐久性、透明性、柔軟性、表面特性の付与が可能などの特徴を活かして、磁気記録媒体用、コンデンサー用、熱転写リボン用、感熱孔版印刷用原紙用などの各種工業材料用、農業用、包装用、建材用などの大量に需要のある各種分野で用いられている。

【0004】

その中でも、表面設計の容易さの観点から様々な分野で利用されていて、特に磁気記録媒体用ベースフィルムとして有用である。ポリエステルフィルムは、機械特性、熱的特性、電気特性などの向上のために二軸延伸フィルムにして利用されることが多い。磁気記録媒体用において、特に、近年は、機材の軽量化、小型化と長時間記録化のために、記録信号の小型化が要求されている。記録信号の小型化、高密度化のためには、フィルム表面、特に磁性面側のフィルム表面の平滑化が要求される。さらに、ドライブ側もMRヘッドの採用など、性能の改良が進められているが、このため、MRヘッドにダメージを与える粗大突起が無いことなどベースフィルム表面の平滑化の要求はますます厳しいものとなっている。

【0005】

しかし、表面が平滑となると、ハンドリング性が低下するだけでなく、磁気テープとして用いる際、フィルム表面と磁気ヘッドの間の摩擦係数が大きくなり、テープ走行性が低下したり、テープ表面の耐久性低下、磁気ヘッド摩耗を引き起こし易いという問題が生じる。

【0006】

これらの問題を解決するためには、粗大突起が無く、均一でかつ微細な突起を高密度に有する表面が求められる。

【0007】

このため、従来、表面突起形成のための粒子を含有する薄層を基層に積層したポリエステルフィルムや（例えば特開平2-77431号公報）、微粒子を含んだ不連続被膜をコーティングする手法（例えば特開平3-208639号公報）等が知られている。

【0008】

しかし、微細な粒子を高濃度に用いた場合、粒子の粒径が小さくなるに従って、表面エネルギーが著しく増大するため、凝集を抑制するためには粒子表面を水溶性ポリマにより被覆するなどの処理などが必要であり、例えば特開平9-300563号公報などが知られている。しかし、被覆膜の熱劣化の問題や生産性の低下、コストの増加を招くなどの問題がある。また、これらの手法を用いたとしても、粒子濃度がある程度以上高くなれば、凝集による粗大突起の形成は避けられず、粒子によって均一な微細突起を高密度に形成することは困難であった。

【0009】

このため、粒子を用いずに、表面に均一で微細な突起を形成する手法として、積層部の微細結晶を利用する手法が知られている（例えば特開平7-1696号公報）。しかし、この手法では、予熱工程において表層部を結晶化した未延伸フィルムを延伸するため、延伸ロールにおける工程傷などが問題であり、高密度磁気記録テープへの適用に際して課題が残されているのが現状である。

【0010】

一方、ポリエステルと熱可塑性樹脂との組成物については過去にも記述があり、例えば、ポリエステルとして、ポリエチレンテレフタレート（PET）を用い

、一方、熱可塑性樹脂として、ポリエーテルイミド（PEI）を用いて、その重量分率の増加に伴ってガラス転移温度が上昇することが示されている（例えば、「JOURNAL of APPLIED POLYMER SCIENCE」1993年、48巻、935-937頁、「Macromolecules」1995年、28巻、2845-2851頁、「POLYMER」1997年、38巻、4043-4048頁）等）。しかしながら、PETとPEIの混合したフィルムに関する報告はなされておらず、ましてや、該フィルムの表面特性については全く知られていなく、検討されていないのが実状である。

【0011】

【発明が解決しようとする課題】

本発明の目的は、表面に均一な微細突起を高密度に有するため、特に磁気記録媒体用ベースフィルムとして使用したときに、電磁変換特性と磁気ヘッドに対する走行特性に優れ、磁気ヘッドに対するフィルム表面の高い耐久性やMRヘッドなどの磁気ヘッドの耐久性を低下させにくい特徴を有する高密度磁気記録テープ用ベースフィルムとして好適な2軸配向フィルムを提供することである。

【0012】

【課題を解決するための手段】

上記課題は、ポリイミド、ポリスルホン、ポリエーテルスルホンの中から選ばれる少なくとも1種の熱可塑性樹脂（ポリマ1）とポリエステル（ポリマ2）とのポリマーアロイからなり、少なくとも1方の表面に突起高さ2～50nmの微細突起を100万～9000万個/mm²有することを特徴とする2軸配向フィルムによって達成される。

【0013】

【発明の実施の形態】

以下、本発明の詳細について説明する。

【0014】

本発明の2軸配向フィルムは熱可塑性樹脂（ポリマ1）とポリエステル（ポリマ2）から構成される。

【0015】

本発明のポリエステル（ポリマ2）は、芳香族ジカルボン酸、脂環族ジカルボン酸または脂肪族ジカルボン酸などの酸成分とジオール成分から構成されるポリエステル単位を70重量%以上含有するポリエステルである。

【0016】

芳香族ジカルボン酸としては、例えば、テレフタル酸、イソフタル酸、フタル酸、1,4-ナフタレンジカルボン酸、1,5-ナフタレンジカルボン酸、2,6-ナフタレンジカルボン酸、4,4'-ジフェニルジカルボン酸、4,4'-ジフェニルエーテルジカルボン酸、4,4'-ジフェニルスルホンジカルボン酸等を用いることができ、なかでも好ましくは、テレフタル酸、フタル酸、2,6-ナフタレンジカルボン酸を用いることができる。脂環族ジカルボン酸としては、例えば、シクロヘキサンジカルボン酸等を用いることができる。脂肪族ジカルボン酸としては、例えば、アジピン酸、スベリン酸、セバシン酸、ドデカンジオン酸等を用いることができる。これらの酸成分は一種のみを用いてもよく、二種以上を併用してもよい。好ましくは、テレフタル酸、2,6-ナフタレンジカルボン酸等を用いることができ、特に好ましくは、テレフタル酸を用いることができる。これらの酸成分は一種のみを用いてもよく、二種以上を併用してもよい。

【0017】

また、ジオール成分としては、例えば、エチレングリコール、1,2-プロパンジオール、1,3-プロパンジオール、ネオペンチルグリコール、1,3-ブタンジオール、1,4-ブタンジオール、1,5-ペンタンジオール、1,6-ヘキサジオール、1,2-シクロヘキサンジメタノール、1,3-シクロヘキサンジメタノール、1,4-シクロヘキサンジメタノール、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、ポリアルキレングリコール、2,2'-ビス（4'- β -ヒドロキシエトキシフェニル）プロパン等を用いることができ、なかでも好ましくは、エチレングリコール、1,4-ブタンジオール、1,4-シクロヘキサンジメタノール、ジエチレングリコール等を用いることができ、特に好ましくは、エチレングリコールを用いることができる。これらのジオール成分は一種のみを用いてもよく、二種以上を併用してもよい。

【0018】

本発明のポリエステル（ポリマ2）として、上記の中でも、ポリエチレンテレフタレート（PET）、ポリ（エチレン-2，6-ナフタレンジカルボキシレート）（PEN）が特に好ましく例示される。

【0019】

また、ポリエステル（ポリマ2）には、トリメリット酸、ピロメリット酸、グリセロール、ペンタエリスリトール、2，4-ジオキシ安息香酸、ラウリルアルコール、イソシアン酸フェニル等の単官能化合物等の他の化合物が共重合されていてもよい。さらに酸成分、ジオール成分以外に、p-ヒドロキシ安息香酸、m-ヒドロキシ安息香酸、2，6-ヒドロキシナフトエ酸などの芳香族ヒドロキシカルボン酸およびp-アミノフェノール、p-アミノ安息香酸などを本発明の効果が損なわれない程度の少量であればさらに共重合せしめることができる。

【0020】

本発明の熱可塑性樹脂（ポリマ1）は、ポリイミド、ポリスルホン、ポリエーテルスルホンの中から選ばれる。これらの熱可塑性樹脂は一種のみを用いてもよく、二種以上を併用してもよい。

【0021】

必要に応じて、相溶化剤を併用すれば、分散径を制御できるため好ましい。この場合、相溶化剤の種類は、ポリマの種類によって異なるが、添加量は0.01～10重量%が好ましい。

【0022】

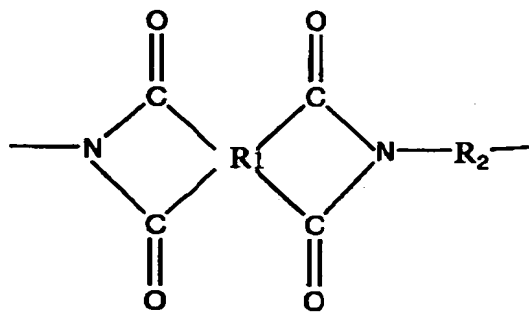
本発明の熱可塑性樹脂（ポリマ1）とポリエステル（ポリマ2）は適度な相溶性を有しているため、溶融成形性や取り扱い性が良好であり、ポリマーアロイとして2軸延伸した際に、異なる2種のポリマーの延伸性の違いにより、均一でかつ微細な突起をフィルム表面に高密度に形成しうる。

【0023】

ポリマ1としては、上記の中でも、特にポリイミドが好ましく例示される。ポリイミドは、溶融成形性であれば特に限定されないが、例えば、下記一般式で示されるような構造単位を含有するものが好ましい。

【0024】

【化 1】

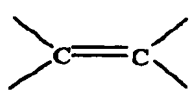


【0025】

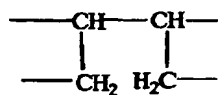
ただし、式中の R₁ は、

【0026】

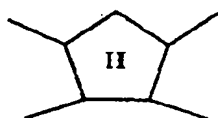
【化 2】



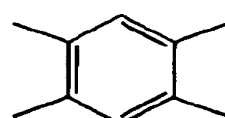
(a)



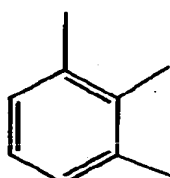
(b)



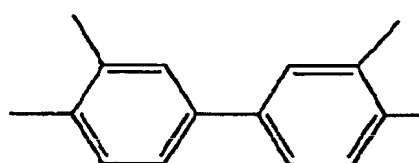
(c)



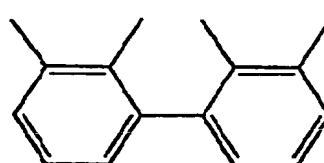
(d)



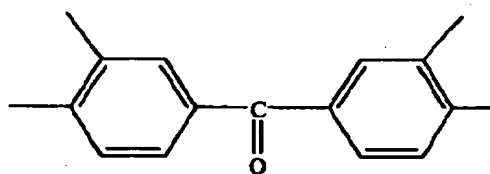
(e)



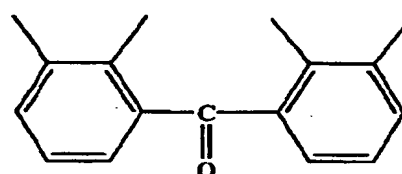
(f)



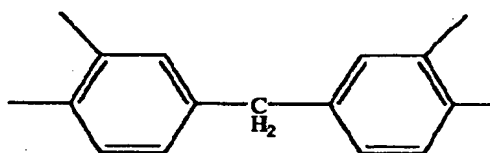
(g)



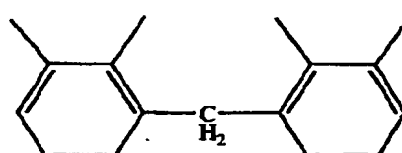
(h)



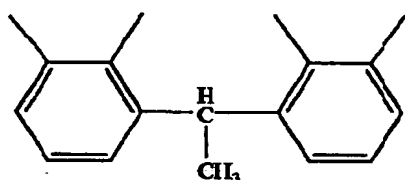
(i)



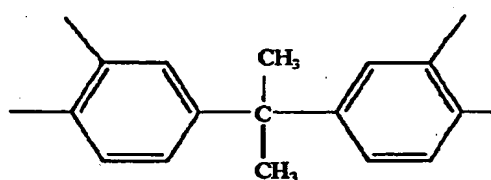
(j)



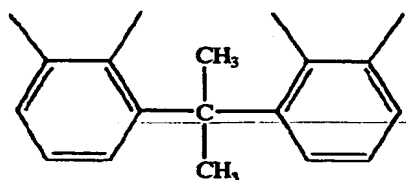
(k)



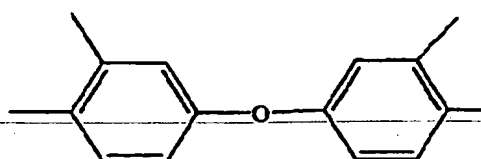
(l)



(m)



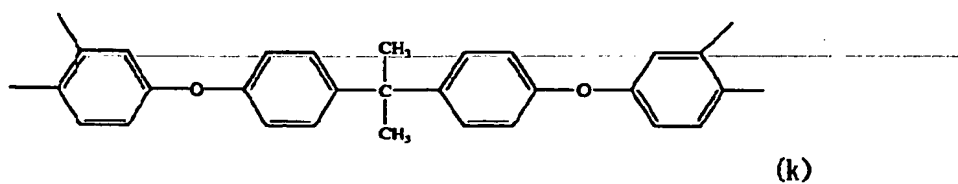
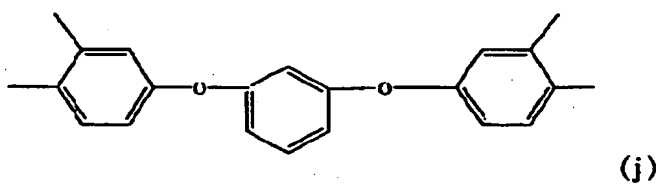
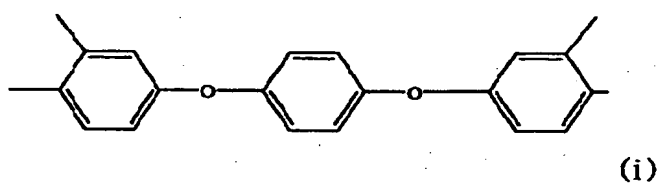
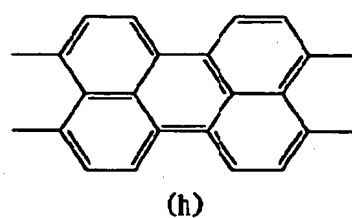
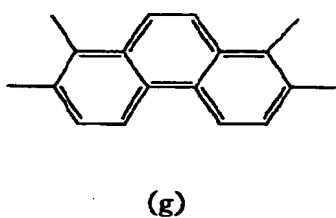
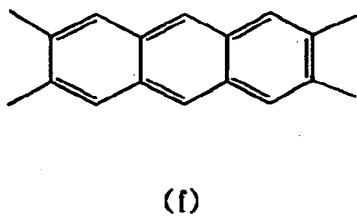
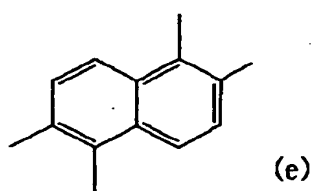
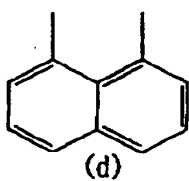
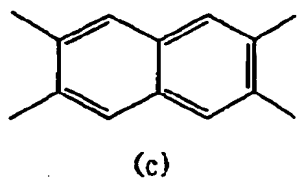
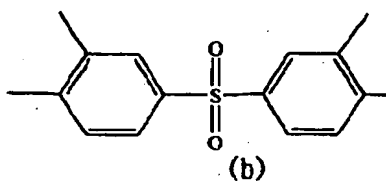
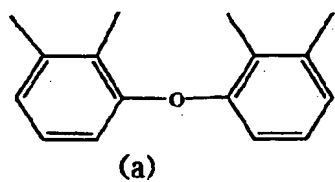
(n)



(p)

【 0 0 2 7 】

【化 3】



【0028】

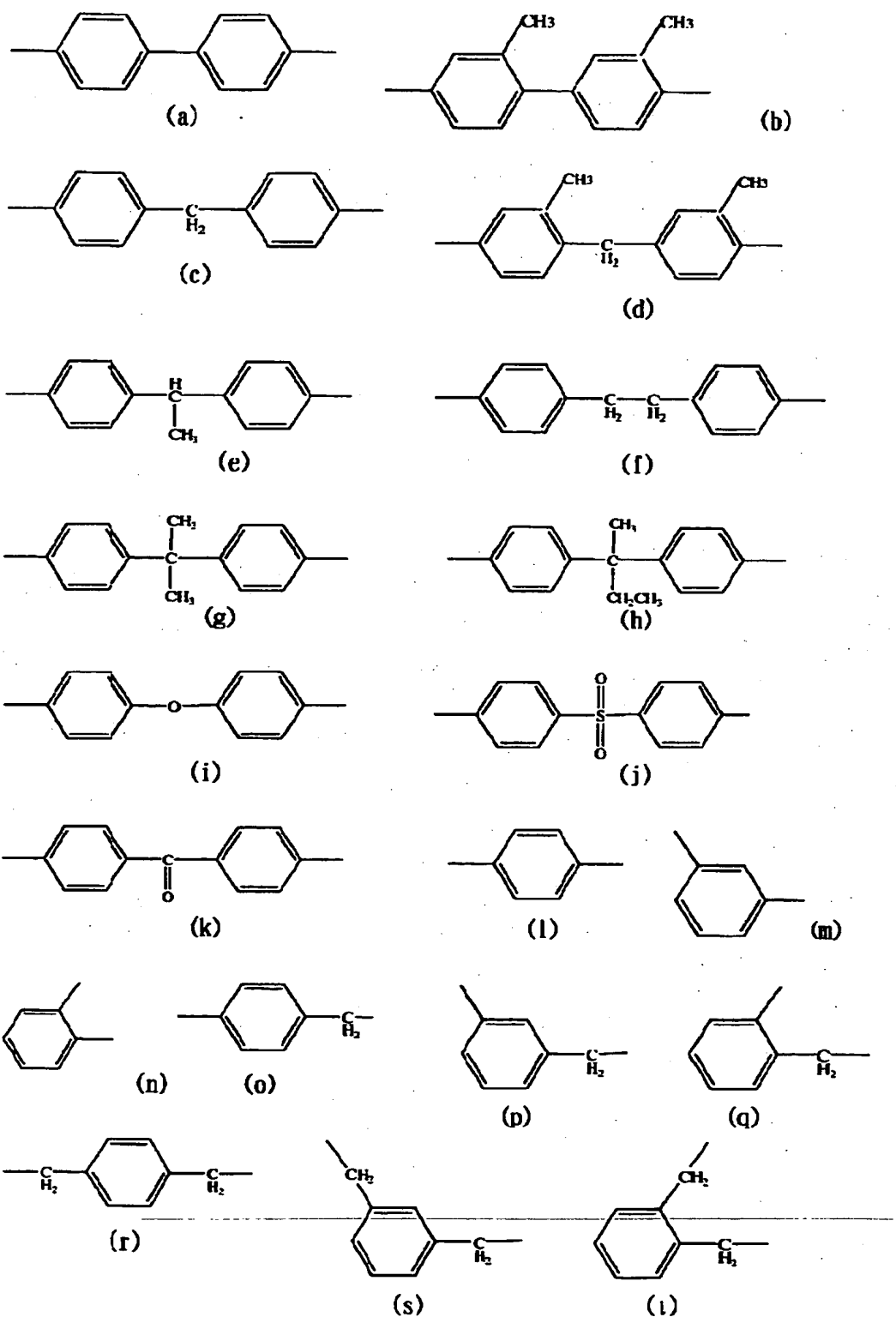
などの脂肪族炭化水素基、脂環族炭化水素基、芳香族炭化水素基から選ばれた一

種もしくは二種以上の基を表して、

また、式中の R_2 は、

【 0 0 2 9 】

【化 4】



【0030】

などの脂肪族炭化水素基、脂環族炭化水素基、芳香族炭化水素基から選ばれた一

種もしくは二種以上の基を表す。

【0031】

かかる好ましいポリイミド(B)としては、テトラカルボン酸および／またはその酸無水物と、脂肪族一級モノアミンおよび／または芳香族一級モノアミン、さらに／または脂肪族一級ジアミンおよび／または芳香族一級ジアミンよりなる群から選ばれる一種もしくは二種以上の化合物を脱水縮合することにより得られた化合物を挙げることができる。

【0032】

テトラカルボン酸および／またはその酸無水物としては、例えば、エチレンテトラカルボン酸、1,2,3,4-ブタンテトラカルボン酸、シクロペンタンテトラカルボン酸、ピロメリット酸、1,2,3,4-ベンゼンテトラカルボン酸、3,3',4,4'-ビフェニルテトラカルボン酸、2,2',3,3'-ビフェニルテトラカルボン酸、3,3',4,4'-ベンゾフェノンテトラカルボン酸、2,2',3,3'-ベンゾフェノンテトラカルボン酸、ビス(2,3-ジカルボキシフェニル)メタン、ビス(3,4-ジカルボキシフェニル)メタン、1,1'-ビス(2,3-ジカルボキシフェニル)エタン、2,2'-ビス(3,4-ジカルボキシフェニル)プロパン、2,2'-ビス(2,3-ジカルボキシフェニル)プロパン、ビス(3,4-ジカルボキシフェニル)エーテル、ビス(2,3-ジカルボキシフェニル)エーテル、ビス(3,4-ジカルボキシフェニル)スルホン、ビス(2,3-ジカルボキシフェニル)スルホン、2,3,6,7-ナフタレンテトラカルボン酸、1,4,5,8-ナフタレンテトラカルボン酸、1,2,5,6-ナフタレンテトラカルボン酸、2,3,6,7-アントラセンテトラカルボン酸、1,2,7,8-フェナントレンテトラカルボン酸、3,4,9,10-ペリレンテトラカルボン酸、4,4'-(p-フェニレンジオキシ)ジフタル酸、4,4'-(m-フェニレンジオキシ)ジフタル酸、2,2'-ビス[(2,3-ジカルボキシフェノキシ)フェニル]プロパン等および／またはその酸無水物等が用いられる。

【0033】

脂肪族一級モノアミンとしては、例えば、炭素数2～22の飽和または不飽和の直鎖、分岐または脂環系のモノアミンが用いられ、具体的には、エチルアミン

、ブチルアミン、ペンチルアミン、ヘキシルアミン、ヘプチルアミン、オクチルアミン、ノニルアミン、デシルアミン、ウンデシルアミン、ドデシルアミン、トリデシルアミン、テトラデシルアミン、ペンタデシルアミン、ヘキサデシルアミン、ヘプタデシルアミン、オクタデシルアミン、ノナデシルアミン、エイコシルアミン、ヘネイコシルアミン、ドコシルアミン、シクロヘキシルアミン、メチルシクロヘキシルアミン、ジメチルシクロヘキシルアミン、ジエチルシクロヘキシルアミンおよびこれらの構造異性体などが用いられる。

【0034】

芳香族一級モノアミンとしては、例えば、非置換あるいは炭素数1～22のアルキル置換の一級アニリンが用いられ、具体的には、アニリン、トルイジン、エチルアニリン、プロピルアニリン、ブチルアニリン、ペンチルアニリン、ヘキシルアニリン、ヘプチルアニリン、オクチルアニリン、ノニルアニリン、デシルアニリン、ウンデシルアニリン、ドデシルアニリン、トリデシルアニリン、テトラデシルアニリン、ペンタデシルアニリン、ヘキサデシルアニリン、ヘプタデシルアニリン、オクタデシルアニリン、ノナデシルアニリン、エイコシルアニリン、ヘネイコシルアニリン、ドコシルアニリンおよびこれらの構造異性体等が用いられる。

【0035】

脂肪族一級ジアミンとしては、例えば、炭素数1～12のメチレン基で結合された一級ジアミンや脂環基を有するジアミンが用いられ、具体的には、エチレンジアミン、トリメチレンジアミン、テトラメチレンジアミン、ペンタメチレンジアミン、ヘキサメチレンジアミン、ヘプタメチレンジアミン、オクタメチレンジアミン、ノナメチレンジアミン、デカメチレンジアミン、ウンデカメチレンジアミン、ドデカメチレンジアミン、1, 3-ビスアミノシクロヘキサン、ジアミノシクロヘキシルメタン、m-キシレンジアミンおよびこれらの構造異性体などが用いられる。

【0036】

芳香族一級ジアミンとしては、例えば、ベンジジン、ジメチルベンジジン、ジアミノジフェニルメタン、ジアミノジトリルメタン、ジアミノジフェニルエタン

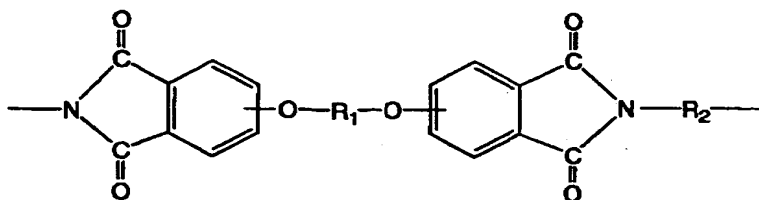
、ジアミノジフェニルプロパン、ジアミノジフェニルブタン、ジアミノジフェニルエーテル、ジアミノジフェニルスルホン、ジアミノジフェニルベンゾフェノン、*o*、*m*、*p*-フェニレンジアミン、トリレンジアミン、キシレンジアミン等およびこれらの例示した芳香族一級ジアミンの炭化水素基を構造単位に有する芳香族一級ジアミン等が用いられる。

【0037】

上記のポリイミドは、ポリエステルに相溶するポリイミドであればよく、特に限定されないが、ポリエステルとの溶融成形性や取り扱い性などの点から、例えば、下記一般式で示されるように、ポリイミド構成成分にエーテル結合を含有するポリエーテルイミドが特に好ましい。

【0038】

【化5】



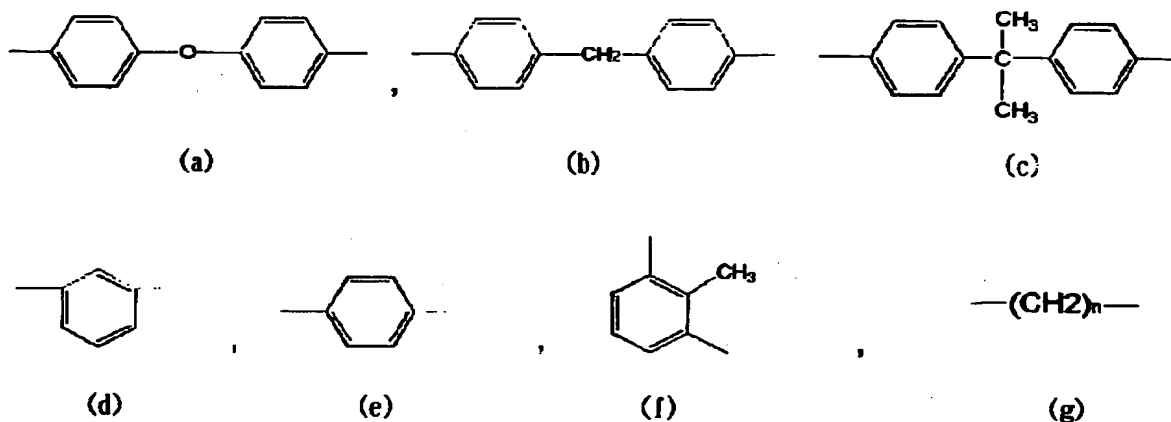
【0039】

(ただし、上記式中 R_1 は、6～30個の炭素原子を有する2価の芳香族または脂肪族残基； R_2 は6～30個の炭素原子を有する2価の芳香族残基、2～20個の炭素原子を有するアルキレン基、2～20個の炭素原子を有するシクロアルキレン基、及び2～8個の炭素原子を有するアルキレン基で連鎖停止されたポリオルガノシロキサン基からなる群より選択された2価の有機基である。)

上記 R_1 、 R_2 としては、例えば、下記式群に示される芳香族残基

【0040】

【化 6】



【 0 0 4 1 】

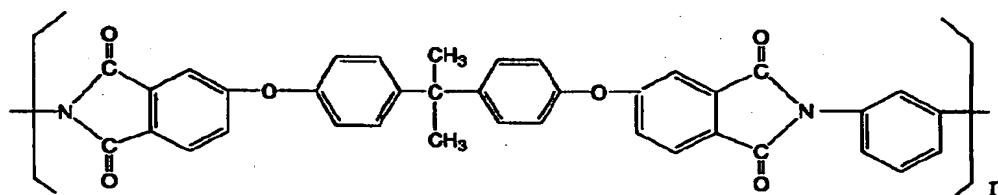
を挙げることができる。

【 0 0 4 2 】

本発明では、ポリエステル（ポリマ2）との相溶性、コスト、溶融成形性等の観点から、下記式で示される構造単位を有する、2，2-ビス〔4-（2，3-ジカルボキシフェノキシ）フェニル〕プロパン二無水物とm-フェニレンジアミン、またはp-フェニレンジアミンとの縮合物が好ましい。

【 0 0 4 3 】

【化 7】

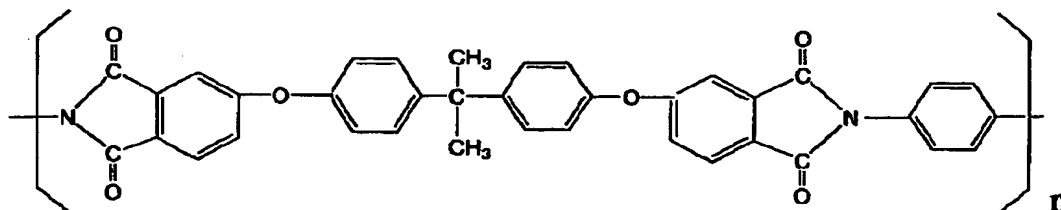


【 0 0 4 4 】

または

【 0 0 4 5 】

【化 8】



【0046】

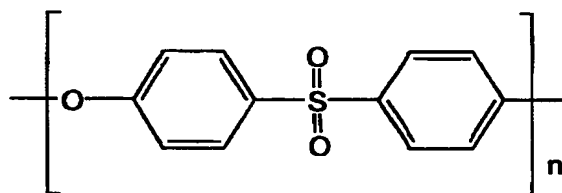
このポリエーテルイミドは、“ウルテム”（登録商標）の商標名で、ジーイーブラスチックス社より入手可能である。

【0047】

ポリマー 1 として用いるポリエーテルスルホンは、芳香族環が 1 つのスルホン基と、1 つまたは 2 つのエーテル基とで結合されつ下記式の繰り返し単位を有するポリマーであるが、他の構造単位がある程度共重合されていてもよい。

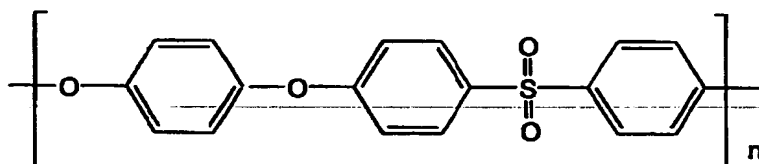
【0048】

【化 9】



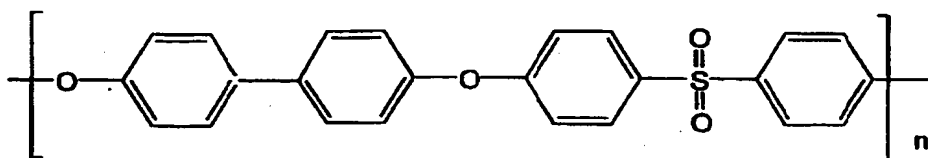
【0049】

【化 10】



【0050】

【化 1 1】

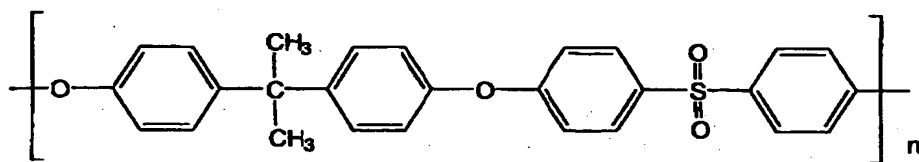


【0051】

ポリマー 1 として用いるポリスルホンは、下記式の繰り返し単位を有するポリマーであるが、例えばアルキル基などの官能基を含んでいてもよく、また他の構造単位がある程度共重合されていてもよい。

【0052】

【化 1 2】



【0053】

本発明において、熱可塑性樹脂（ポリマ 1）をポリエステル（ポリマ 2）に添加する時期は、特に限定されないが、ポリエステルの重合前、例えば、エステル化反応前に添加してもよいし、重合後に溶融押出前に添加してもよい。また、溶融押出前に、ポリエステルと熱可塑性樹脂をペレタイズしてもよい。

【0054】

本発明の 2 軸配向フィルムは、少なくとも一方の表面に突起高さ 2～50 nm、好ましくは 10～40 nm、さらに好ましくは 15～30 nm の微細突起を 100 万～9000 万個/mm²、好ましくは 300 万～6000 万個/mm²、さらに好ましくは 500 万～2000 万個/mm² 有する。突起高さが 2 nm より小さい場合には、突起が低すぎて、フィルム走行性良化に寄与しないため好ましくなく、突起高さが 50 nm より大きい場合には、磁気テープとして用いた場合、電磁変換特性を低下させるため好ましくない。また、突起密度が 100 万/m

m^2 より小さい場合には、走行性良化に十分に寄与できないため好ましくなく、突起密度が9000万/ mm^2 より大きい場合には、微細突起といえども、磁気テープとした際の電磁変換特性を悪化させることがあるので好ましくない。

【0055】

本発明の2軸配向フィルムはA層側の表面に突起高さ50nm以上の突起は、特に限定されないが、0～3000個/ mm^2 であることが好ましい。より好ましくは、0～2000個/ mm^2 、さらに好ましくは0～1000個/ mm^2 である。これは、磁気テープとして用いた場合、突起高さ50nm以上の突起は、電磁変換特性を低下させるだけでなく、ドライブにMRヘッドが用いられている場合には、MRヘッドを傷つけてしまいドライブの走行耐久性を悪化させることがあるためである。

【0056】

本発明の2軸配向フィルムは、単層であってもよいが、少なくとも2層以上の積層構造である方が好ましい。つまり、ポリエステルからなる基層部（B層）の少なくとも一方の最外層にポリマー1よりなる層（A層とする）が積層されてなるフィルムである。なお、基層部とは、特に限定されるわけではないが、A層の裏面に積層され、主に強度、寸法安定性の保持などの働きをする層である。その際、基層部（B層）に用いられるポリマはA層で用いられたポリエステル（ポリマ2）と同様のポリエステルの中から選ばれることが好ましいが、これに限定されるものではない。特に好ましくはA層を構成するポリエステル（ポリマ2）と同種のポリエステルを用いる方がよい。A層とB層のポリエステルが同一であれば、B層にA層を薄膜積層し、積層フィルムを延伸する場合、前記フィルムのB層とA層のポリエステル（ポリマ2）は同一の延伸条件で同じように延伸できる。そのため、A層部中に存在する、微分散または相分離によるポリエステル（ポリマ2）のドメインが容易に延伸されるため、ポリエステル（ポリマ2）と熱可塑性樹脂（ポリマ1）の延伸性の違いを発現しやすく、表面突起を容易に形成させることができる。この場合、A層の厚みはフィルム全体の厚みの20%以下（より好ましくは15%以下、特に好ましくは10%以下）であれば、製膜性が良好でかつ本発明の効果がより一層良好となり好ましい。

【0057】

また、積層構成の際には、オリゴマーのブリードアウトが少ないA層を薄膜積層することによって、B層から生成するオリゴマーに対して、良好なオリゴマー抑止性も得られるため好ましい。

【0058】

本発明の熱可塑性樹脂（ポリマ1）の含有量は、特に限定されないが、1～50重量%の範囲にあることが好ましい。さらに好ましくは、5～40重量%の範囲であり、より好ましくは、10～30重量%の範囲である。ポリエステルと熱可塑性樹脂の溶融粘度は大きく異なるため、熱可塑性樹脂の含有量が1重量%未満であれば、押出機にて十分な混練を得て互いに微分散することが困難なことがあり、また微分散または相分離によって十分な表面突起を形成できないので好ましくない。また、熱可塑性樹脂の含有量が50重量%を超える量であれば、押出成形加工や延伸加工を施すことが困難であったり、微分散または相分離による熱可塑性樹脂のドメインが大きくなりすぎて、突起が粗大となることがある。

【0059】

本発明の2軸配向フィルムの長手方向のヤング率と幅方向のヤング率の和は、特に限定されないが、10～25 GPaの範囲であることが好ましく、より好ましくは12～22 GPa、さらに好ましくは14～20 GPaである。該ヤング率の和が10 GPa未満であれば、例えば、磁気記録媒体用などに用いる場合、走行時の磁気記録ヘッドやガイドピンから受ける張力のため、磁気テープに伸び変形が生じやすくなり、さらに電磁変換特性（出力特性）に悪影響を与えたりして、実用上使用に耐えないことがある。また、該ヤング率の和が25 GPaを超えるフィルムは工業的に製造が困難であったり、フィルムの耐引裂性や寸法安定性が著しく低下したりすることがある。

【0060】

本発明の2軸配向フィルムの長手方向と幅方向の少なくとも一方向の温度100℃、30分における熱収縮率は、特に限定されないが、テープの伸び変形性および保存性の観点から、0.01～2.0%であることが好ましい。より好ましくは、0.01～1.5%であり、さらに好ましくは、0.01～1.0%であ

る。温度100℃の熱収縮率が2.0%を超える場合は、寸法安定性が損なわれやすくなることもあり、例えば磁気記録媒体用においては、ベースフィルムの磁気層を塗布するなどのフィルム加工工程における熱履歴や走行時の磁気テープと磁気記録ヘッドとの摩擦熱による磁気テープの昇温時にテープの熱変形が起こりやすくなったり、フィルム表面の耐久性が劣ったり、テープの保存性が悪化することがある。また、温度100℃の熱収縮率が0.01%未満の場合には、フィルムが膨張して、しわが発生したりすることがある。

【0061】

本発明のポリエステル（ポリマ2）と熱可塑性樹脂（ポリマ1）からなるポリマーアロイの固有粘度は、特に限定されないが、フィルム成形加工の安定性や熱可塑性樹脂との混合性の観点から、0.55～3.0（dl/g）の範囲であることが好ましく、さらに好ましくは、0.60～2.0（dl/g）である。また、フィルムの固有粘度（フィルムを直接溶融して測定される固有粘度、フィルムを構成するポリマー混合物の固有粘度に相当）は、特に限定されないが、フィルム成形加工の安定性や寸法安定性などの観点から、0.50～2.0（dl/g）の範囲であることが好ましく、さらに好ましくは0.55～1.0（dl/g）である。

【0062】

本発明の2軸配向フィルムは、A層およびB層に実質的に粒子を含まない場合にも磁気記録媒体などの用途に適する特性を有するが、フィルム表面に易滑性や耐磨耗性、耐スクラッチ性等を付与するために、A層およびB層に無機粒子、有機粒子などを添加してもよい。しかし、添加粒子による粗大突起の生成を抑制するため、添加量は出きる限り少ない方が好ましい。添加する場合、特に限定されないが、0.001～10重量%が好ましい。また、粒径は特に限定されないが、1nm～1μmが好ましい。該添加物としては、クレー、マイカ、酸化チタン、炭酸カルシウム、カリオン、タルク、湿式または乾式シリカ、コロイド状シリカ、リン酸カルシウム、硫酸バリウム、アルミナおよびジルコニア等の無機粒子、アクリル酸類、スチレン等を構成成分とする有機粒子、ポリエステル重合反応時に添加する触媒等によって析出する、いわゆる内部粒子や、界面活性剤などが

ある。

【0063】

本発明の2軸配向フィルムは、本発明を阻害しない範囲内で、熱安定剤、酸化防止剤、紫外線吸収剤、帯電防止剤、難燃剤、顔料、染料、脂肪酸エステル、ワックスなどの有機滑剤などが添加されてもよい。

【0064】

本発明の2軸配向フィルムは、従来から行われている方法により二軸に配向されたフィルムである。

【0065】

本発明の2軸配向フィルムの用途は、特に限定されないが、コンデンサー用、感熱転写リボン用、感熱孔版印刷原紙用などに好ましく用いられるが、特に好ましくは、均一で微細な表面形態を必要とするデータストレージ用などの磁気記録媒体として用いられる。

【0066】

本発明の2軸配向フィルムの厚みは、特に限定されないが、 $1000\mu\text{m}$ 以下が好ましく、さらに好ましくは $0.5\sim 500\mu\text{m}$ の範囲である。用途、目的に応じて適宜決定できるが、例えば、磁気記録媒体用では、高密度磁気記録用テープ、例えば、データストレージ用のベースフィルムに適したものであり、該データ記録容量としては、好ましくは 30GB （ギガバイト）以上、より好ましくは 70GB 以上、さらに好ましくは 100GB 以上である。またフィルム厚みは、通常磁気記録材料用では $1\sim 15\mu\text{m}$ 、データ用またはデジタルビデオ用塗布型磁気記録媒体用では $2\sim 10\mu\text{m}$ 、データ用またはデジタルビデオ用蒸着型磁気記録媒体用では $3\sim 9\mu\text{m}$ の範囲が好ましい。また、コンデンサー用には、好ましくは $0.5\sim 15\mu\text{m}$ のフィルムが適用され、絶縁破壊電圧および誘電特性の安定に優れたものとなる。熱転写リボン用途には、好ましくは $1\sim 6\mu\text{m}$ のフィルムが適用され、印字する際のしわがなく、印字むらやインクの過転写を生じることなく、高精細な印刷が行うことができる。感熱孔版原紙用途には、好ましくは $0.5\sim 5\mu\text{m}$ のフィルムが適用され、低エネルギーでの穿孔性にも優れ、エネルギーレベルに応じて穿孔径を変化させることが可能であり、複数版でのカラ

ー印刷を行う場合などの印刷性にもすぐれている。

【0067】

本発明の2軸配向フィルムは、A層やB層の他のポリマー層、例えば、ポリオレフィン、ポリアミド、ポリ塩化ビニリデンおよびアクリル系ポリマーを直接、あるいは接着剤などの層を介して積層してもよい。

【0068】

本発明の2軸延伸フィルムは、必要に応じて、熱処理、成形、表面処理、ラミネート、コーティング、印刷、エンボス加工、エッチングなどの任意の加工を行ってもよい。また、磁気記録媒体として用いる場合、磁性層を形成してもよい。

【0069】

磁性層としては、特に限定されないが、強磁性金属薄膜や強磁性金属微粉末を結合剤中に分散してなる磁性層や金属酸化物塗布による磁性層などが好適な例として挙げられる。前記強磁性金属薄膜としては、鉄、コバルト、ニッケルやその合金等が好ましい。また、前記強磁性金属微粉末を結合剤中に分散してなる磁性層に用いる強磁性金属微粉末としては、強磁性六方晶フェライト微粉末や、鉄、コバルト、ニッケルやその合金が好ましい。前記結合剤としては熱可塑性樹脂、熱硬化性樹脂、反応型樹脂やこれらの混合物などが好ましい。

【0070】

磁性層の形成法は、磁性粉を熱硬化性、熱可塑性あるいは放射線硬化性などの結合剤と混練し塗布、乾燥を行う塗布法、金属または合金を蒸着、スパッタリング、イオンプレーティング法などにより、基材フィルム上に直接磁性金属薄膜層を形成する乾式法のいずれの方式も採用できる。

【0071】

本発明の磁気記録媒体においては、強磁性金属薄膜上に保護膜が設けられていてもよく、この保護膜によってさらに走行耐久性、耐食性を改善することができる。保護膜としては、シリカ、アルミナ、チタニア、ジルコニア、酸化コバルト、酸化ニッケルなどの酸化物保護膜、窒化チタン、窒化ケイ素、窒化ホウ素などの窒化物保護膜、炭化ケイ素、炭化クロム、炭化ホウ素等の炭化物保護膜、グラファイト、無定型カーボンなどの炭素からなる炭素保護膜があげられる。

【 0 0 7 2 】

前記炭素保護膜は、プラズマCVD法、スパッタリング法等で作成したアモルファス、グラファイト、ダイヤモンド構造、もしくはこれらの混合物からなるカーボン膜であり、特に好ましくは一般にダイヤモンドライクカーボンと呼ばれる硬質カーボン膜である。

【 0 0 7 3 】

また、この硬質炭素保護膜上に付与する潤滑剤との密着をさらに向上させる目的で、硬質炭素保護膜表面を酸化性もしくは不活性気体のプラズマによって表面処理しても良い。

【 0 0 7 4 】

本発明では、磁気記録媒体の走行耐久性および耐食性を改善するため、上記磁性膜もしくは保護膜上に、潤滑剤や防錆剤を付与することが好ましい。

【 0 0 7 5 】

本発明の2軸配向フィルムの製造方法は、押出機を用いた溶融押出により口金から吐出し、溶融ポリマーを冷却固化させてシート状に成形するフィルムの製造方法において、少なくとも1台はポリエステルと熱可塑性樹脂を溶融押出により口金から吐出し、溶融ポリマーを冷却固化させてシート状に成形するものである。さらに詳しくは、特に限定されるものではないが、該シート状成型物を長手方向に1～10倍、幅方向に1～10倍の倍率で延伸し、しかる後に150℃～250℃の温度で熱処理することが好ましい。

【 0 0 7 6 】

より好ましい条件は、長手方向に2～9倍、幅方向に2～9倍の倍率で延伸し、しかる後に170～230℃の温度で熱処理することであり、さらに好ましい条件は、長手方向に3～8倍、幅方向に3～8倍の倍率で延伸し、しかる後に180～220℃の温度で熱処理することである。熱可塑性樹脂（ポリマ1）をポリエステル（ポリマ2）に添加する時期は、特に限定されないが、ポリエステルの重合前、例えば、エステル化反応前に添加してもよいし、重合後に溶融押出前に添加してもよい。中でも、溶融押出前に、ポリエステルと熱可塑性樹脂をペレタイズして、マスターチップにすることが溶融成形性の観点から好ましい。

【 0 0 7 7 】

本発明の2軸配向フィルムの延伸形式としては、長手方向に延伸した後に幅方向に延伸を行う方法などの一方向ずつの延伸を組み合わせた逐次二軸延伸法や、同時二軸テンター等を用いて長手方向と幅方向を同時に延伸する同時二軸延伸法、さらに、逐次二軸延伸法と同時二軸延伸法を組み合わせた方法などが包含される。

【 0 0 7 8 】

本発明の2軸配向フィルムの製造方法の例について説明するが、これに限定されるものではない。ここでは、A層ポリマのポリエステル（ポリマ2）として、ポリエチレンテレフタレートを用い、熱可塑性樹脂（ポリマ1）として、ポリエーテルイミド「ウルテム」を用いた積層フィルムの例を示すが、用いるポリエステル（ポリマ2）や熱可塑性樹脂（ポリマ1）、また積層構成によって製造条件は異なる。また、単層フィルムの際には、製造条件の詳細は異なる。

【 0 0 7 9 】

まず、常法に従い、テレフタル酸とエチレングリコールからエステル化し、または、テレフタル酸ジメチルとエチレングリコールをエステル交換反応により、ビス-β-ヒドロキシエチルテレフタレート（BHT）を得る。次にこのBHTを重合槽に移行しながら、真空下で280℃に加熱して重合反応を進める。ここで、固有粘度が0.5程度のポリエステルを得る。得られたポリエステルをペレット状で減圧下において固相重合する。固相重合する場合は、あらかじめ180℃以下の温度で予備結晶化させた後、190～250℃で1mmHg程度の減圧下、10～50時間固相重合させる。また、フィルムを構成するポリエステルに粒子を含有させる場合には、方法としては、エチレングリコールに粒子を所定割合にてスラリーの形で分散させ、このエチレングリコールをテレフタル酸と重合させる方法が好ましい。粒子を添加する際には、例えば、粒子を合成時に得られる水ゾルやアルコールゾルを一旦乾燥させることなく添加すると粒子の分散性がよい。また、粒子の水スラリーを直接所定のポリエステルペレットと混合し、ベント式2軸混練押出機を用いて、ポリエステルに練り込む方法も有効である。粒子の含有量、個数を調節する方法としては、上記方法で高濃度の粒子のマスタを

作っておき、それを製膜時に粒子を実質的に含有しないポリエステルで希釈して粒子の含有量を調節する方法が有効である。

【0080】

次に、該ポリエチレンテレフタレートのパelletとポリエーテルイミドのパelletを、所定の割合で混合して、 $270\sim 300^{\circ}\text{C}$ に加熱されたベント式の2軸混練押出機に供給して、溶融押出する。このときの剪断速度は $50\sim 300\text{ sec}^{-1}$ が好ましく、より好ましくは $100\sim 200\text{ sec}^{-1}$ 、滞留時間は $0.5\sim 10$ 分が好ましく、より好ましくは $1\sim 5$ 分の条件である。さらに、上記条件にて相溶しない場合は、得られたチップを再び二軸押出機に投入し相溶するまで押出を繰り返してもよい。

【0081】

得られたポリエーテルイミド含有のポリエステルのパelletを、 180°C で3時間以上真空乾燥した後、固有粘度が低下しないように窒素気流下あるいは真空下で $280\sim 320^{\circ}\text{C}$ に加熱された押出機に供給し、従来から行われている方法により製膜する。また、異物や変質ポリマーを除去するために各種のフィルター、例えば、焼結金属、多孔性セラミック、サンド、金網などの素材からなるフィルターを用いることが好ましい。また、必要に応じて、定量供給性を向上させるためにギアポンプを設けてもよい。2台以上の押出機、マニホールドまたは合流ブロックを用いて、溶融状態のポリエステルやポリエステルとポリイミドの混合物を積層したシートをスリット状のダイから押出し、キャストイングロール上で冷却して未延伸フィルムを作る。

【0082】

次に、この未延伸フィルムを二軸延伸し、二軸配向させる。延伸方法としては、逐次二軸延伸法または同時二軸延伸法を用いることができる。ここでは、最初に長手方向、次に幅方向の延伸を行う逐次二軸延伸法を用いる。延伸温度については、積層の構成成分により異なるが、例えば、3層構造で中間層がポリエチレンテレフタレートからなり、フィルム全体の厚みの 80% 以上であり、一方、最外層がポリエチレンテレフタレートとポリエーテルイミドの混合ポリマーからなる場合を例示して説明する。未延伸フィルムを $80\sim 150^{\circ}\text{C}$ の加熱ロール群で

加熱し、長手方向に1～10倍に1段もしくは2段以上の多段で延伸し、20～50℃の冷却ロール群で冷却する。長手方向延伸速度は1000～50000%/分の範囲で行うのが好ましいが、特に限定されない。続いて、幅方向の延伸方法としては、例えば、テンターを用いる方法が一般的である。幅方向の延伸倍率は1～10倍、延伸速度は1000～20000%/分、温度は80～150℃の範囲で行うのが好ましいが、特に限定されない。さらに必要に応じて、再縦延伸および/または再横延伸を行う。その場合の延伸条件としては、長手方向の延伸は、温度80～180℃、延伸倍率1.1～2.0倍、幅方向の延伸方法としてはテンターを用いる方法が好ましく、温度80～180℃、延伸倍率1.1～2.0倍で行うのが好ましいが、特に限定されない。トータルの延伸倍率は、長手方向に1～10倍、幅方向に1～10倍であることが好ましい。より好ましくは、長手方向に2～9倍、幅方向に2～9倍であり、さらに好ましくは、長手方向に3～8倍、幅方向に3～8倍である。続いて、この延伸フィルムを緊張下または幅方向に弛緩しながら熱処理する。この場合の熱処理温度は、150℃～250℃、好ましくは、170～230℃、さらに好ましくは180～220℃で、時間は0.2～30秒の範囲で行うのが好ましいが、特に限定されない。

【0083】

[物性の測定方法ならびに効果の評価方法]

(1) 表面の突起高さと突起個数

原子間力顕微鏡 (AFM) を用いて、以下の条件で、場所を変えて測定を10回行う。

【0084】

装置 : NanoScopeIII AFM(Digital Instruments社製)

カンチレバー : シリコン単結晶

走査モード : タッピングモード

走査範囲 : 5 μ m × 5 μ m

走査速度 : 0.5 Hz

測定環境 : 温度 25℃、相対湿度 55%

平坦面より、2～50 nmの範囲にある突起個数を測定し、その平均をとって

、 1 mm^2 当たりの数に換算する。また、 50 nm 以上の突起個数を測定し、その平均をとって、 1 mm^2 当たりの数に換算する。

【0085】

(2) 粒子の平均粒径

フィルム断面を透過型電子顕微鏡 (TEM) を用い、1万倍以上の倍率で観察する。TEMの切片厚さは約 100 nm とし、場所を変えて 100 視野以上測定する。粒子の平均粒径 d は重量平均径 (等価円相当径) から求める。

【0086】

(3) 粒子の含有量

ポリマは溶解し、粒子は溶解させない溶媒を選択し、粒子をポリマから遠心分離し、粒子の全体重量に対する比率 (重量%) をもって粒子含有量とする。

【0087】

(4) フィルム積層厚み

透過型電子顕微鏡 (日立製H-600型) を用いて、加速電圧 100 kV で、フィルム断面を、超薄切片法 (RuO_4 染色) で観察し、その界面をとらえ、その積層厚さを求める。倍率は、判定したい積層厚さによって選ぶことが通常であり、特に限定されないが、 1 万～ 10 万倍が適当である。

【0088】

(5) ヤング率

JIS-Z-1702に規定された方法に従って、インストロングタイプの引っ張り試験機を用いて、 25°C 、 $65\% \text{RH}$ にて測定した。

【0089】

(6) 熱収縮率

JIS-C2318に従って、測定した。

【0090】

試料サイズ：幅 10 mm 、標線間隔 200 mm

測定条件：温度 100°C 、処理時間 30 分、無荷重状態

100°C 熱収縮率を次式より求めた。

【0091】

$$\text{熱収縮率 (\%)} = [(L_0 - L) / L_0] \times 100$$

L_0 : 加熱処理前の標線間隔

L : 加熱処理後の標線間隔

(7) 磁気テープの電磁変換特性 (S/N)

本発明のフィルムに連続真空蒸着装置を用いて、微量の酸素の存在下にコバルト・ニッケル合金 (Ni 20 重量%) の厚み 200 nm の蒸着層を設けた。さらに、蒸着層表面にカーボン保護膜を公知の手段で形成させた後、8 mm 幅にスリットし、パンケーキを作成した。次いで、このパンケーキから長さ 200 m 分をカセットに組み込み、カセットテープをした。

【0092】

市販の Hi 8 用 VTR を用いてビデオ S/N 比を求めた。S/N 比の測定には、TV 試験信号発生器から信号を供給し、ビデオノイズメーターを用い、市販のスタンダード Hi 8 ME テープを 0 デシベル (dB) として比較測定した。なお、走行条件は 25℃、60% RH である。

【0093】

電磁変換特性が市販の Hi 8 ME テープと比較して、0 dB 以上あれば、デジタル記録方式の VTR テープとして、十分使用できるレベルである。次の基準で評価した。

【0094】

+3 dB 以上 : ○

データストレージ用磁気記録媒体として十分使用できるレベルである。

【0095】

0 dB 以上、+3 dB 未満 : △

デジタル記録方式の VTR テープとして、十分使用

0 dB 未満 : ×

記録方式の VTR テープとして、不十分なレベルである。

【0096】

(8) ドロップアウト

上記の蒸着を施したカセットテープと市販のカメラ一体型デジタルビデオテー

プレコーダー (DVC) を用いて、ドロップアウト (DO) 個数を求めた。

【0097】

DO個数の測定は、作成した本DVCテープを市販のカメラ一体型デジタルビデオテープレコーダーで録画後、1分間再生して画面に現れたブロック状のモザイク個数を数えることによって行った。なお、走行条件は25℃、60%RHである。

【0098】

30個以下：○

データストレージ用磁気記録媒体として十分使用できるレベルである。

【0099】

50個以下：△

デジタル記録方式のVTRテープとして、十分使用できるレベルである。

【0100】

51個以上：×

デジタル記録方式のVTRテープとして、不十分なレベルである。

【0101】

(9) 磁気テープの走行耐久性

上記磁気テープを25℃、60%RHで200回走行後、S/N比とDO個数を測定し、次の基準で評価した。

【0102】

○：

S/N比の低下が1dB以下であり、かつ、ドロップアウトの増加が30個以下である。

【0103】

△：

S/N比の低下が2dB以下であり、かつ、ドロップアウトの増加が50個以下である。

【0104】

×：S/N比の低下が2dBより大きい、又は、ドロップアウトの増加が5

0個より多い。

【0105】

(10) 摩擦係数 μK (ヘッド走行性)

フィルムを幅1/2インチのテープ状にスリットしたものをテープ走行性試験機TBT-300型((株)横浜システム研究所製)を使用し、60℃、80%RH雰囲気で行走させ、初期の摩擦係数を下記の式より求めた(フィルム幅は1/2インチとした)。なお、測定面をA層側の表面とした。

【0106】

$$\mu K = (2/\pi) \ln(T_2/T_1)$$

ここで T_1 は入側張力、 T_2 は出側張力である。ガイド径は6mmφであり、ガイド材質はSUS27(表面粗度0.2S)、巻き付け角は90°、走行速度は3.3cm/秒である。この測定によって得られたフィルムの長手方向の μK が0.7以下の場合にはヘッド走行性良好(O)、0.7を超える場合にはヘッド走行性不良(X)と判定した。この μK はフィルムを蒸着型磁性層を有する磁気記録媒体として用いた場合、磁気ヘッドの走行性を左右する臨界点である。

【0107】

(11) 固有粘度

オルトクロロフェノール中、25℃で測定した溶液粘度から下式から計算される値を用いる。すなわち、

$$\eta_{sp}/C = [\eta] + K[\eta]^2 \cdot C$$

ここで、 $\eta_{sp} = (\text{溶液粘度}/\text{溶媒粘度}) - 1$ 、 C は溶媒100mlあたりの溶解ポリマ重量(g/100ml、通常1.2)、 K はハギンス定数(0.343とする)である。また、溶液粘度、溶媒粘度はオストワルド粘度計を用いて測定した。

【0108】

【実施例】

次の実施例に基づき、本発明の実施形態を説明する。尚、各ポリマーについて、原則として、A層に該当するポリマーはA、B層に該当するポリマーはB、それ以外はCの符号を付したが、一部例外もある。

【0109】

実施例 1

公知の方法により得られた固有粘度 0.85 の PET (PET) のペレット (50 重量%) と General Electric (GE) 社製の固有粘度 0.68 の ウルテム 1010 (50 重量%) を、290℃ に加熱された同方向回転タイプのベント式 2 軸混練押出機に供給して、ウルテムを 50 重量% 含有したブレンドチップ (II) を作成した。

【0110】

次いで、押出機 3 台を用い、280℃ に加熱された押出機 B には、実質的に粒子を含有しないポリエチレンテレフタレート (PET) (B1) のペレットを 180℃ で 3 時間真空乾燥した後に供給し、290℃ に加熱された押出機 A には、上記ペレタイズ操作により得たブレンドチップ 40 重量部と固有粘度 0.65 の PET チップ 60 重量部 (A1) を、180℃ で 3 時間真空乾燥した後に供給し、280℃ に加熱された押出機 C には、平均粒径 0.17 μm の球状シリカ粒子を 0.3 重量% と平均粒径 0.3 μm の球状シリカ粒子を 0.05 重量% 含有するポリエチレンテレフタレート (PET) (C1) のペレットを 180℃ で 3 時間真空乾燥した後に供給した。その後、ポリエステル組成物 (B1) が基層部に、ポリエステル組成物 (A1) とポリエステル組成物 (C1) が最外層になるように 3 層積層するべく T ダイ中で合流させ (積層比 A1/B1/C1 = 1/10/1)、表面温度 25℃ のキャストドラムに静電荷を印加させながら密着冷却固化し、積層未延伸フィルムを作成した。

【0111】

この未延伸フィルムをロール式延伸機にて長手方向に 1 段で、温度 105℃ で 3.4 倍延伸し、さらに、テンターを用いて、幅方向に温度 95℃ で 3.4 倍延伸した。続いて、ロール式延伸機で長手方向に 2 段で、温度 140℃ で 1.8 倍に再延伸し、テンターを用いて幅方向に温度 190℃ で 1.5 倍再延伸した。定長下で温度 210℃ で 10 秒間熱処理後、幅方向に 2% の弛緩処理を行い、厚さ 5 μm の 2 軸配向フィルムを得た。

【0112】

この積層ポリエステルフィルムの特性は、表 2 に示したとおり、ドロップアウトが少なく、電磁変換特性、走行耐久性など磁気記録媒体用ベースフィルムとして優れた特性を有していた。

【0 1 1 3】

実施例 2, 3

実施例 1 と同様にして、表 1 のようにポリエーテルイミドの含有量を変更(A2, A3)して、2 軸配向フィルムを得た。なお、実施例 3 においては、押出機を 2 台用いて、A3/B1/A3型の 3 層積層とした。

【0 1 1 4】

この 2 軸配向フィルムの特性は、表 2 に示したとおり、ドロップアウトが少なく、電磁変換特性、走行耐久性など磁気記録媒体用ベースフィルムとして優れた特性を有していた。

【0 1 1 5】

実施例 4

実施例 1 と同様にして、表 1 のように、A 層ポリマをポリエーテルスルホン 20 重量%とポリ（エチレン 2, 6-ナフタレンジカルボキシレート）80 重量%のブレンドポリマー（平均粒径 0.3 μm の球状シリカ粒子を 0.05 重量%含有する）(A4)、B 層ポリマをポリ（エチレン 2, 6-ナフタレンジカルボキシレート）(B2)に変更して、未延伸フィルム（A/B型 2 層積層）を得た後、該未延伸フィルムの両端部をクリップで把持して、リニアモーター方式の同時二軸延伸 tenter に導き、フィルム温度を 100℃に加熱し、面積延伸倍率 12.25 倍（縦倍率：3.5 倍、横倍率：3.5 倍）で同時二軸延伸する。続いて、フィルム温度を 150℃にして、面積延伸倍率 1.96 倍（縦倍率：1.4 倍、横倍率：1.4 倍）で同時二軸で再延伸し、定長下で温度 210℃で 10 秒間熱処理後、縦横各方向に 2%の弛緩処理を行い、厚さ 5 μm の 2 軸配向フィルムを得る。

【0 1 1 6】

この積層ポリエステルフィルムの特性は、表 2 に示したとおり、ドロップアウトが少なく、電磁変換特性、走行耐久性など磁気記録媒体用ベースフィルムとして優れた特性を有していた。

【0 1 1 7】

実施例 5

実施例 4 と同様にして、表 1 のように、A 層ポリマをポリスルホン 1 0 重量% とポリ (エチレン 2, 6 - ナフタレンジカルボキシレート) 9 0 重量% のブレンドポリマー (A5) に変更した後、実施例 1 と同様の延伸方法で 2 軸配向フィルムを得た。

【0 1 1 8】

この 2 軸配向フィルムの特性は、表 2 に示したとおり、ドロップアウトが少なく、電磁変換特性、走行耐久性など磁気記録媒体用ベースフィルムとして優れた特性を有していた。

【0 1 1 9】

比較例 1, 2

3 層積層において、3 層ともポリエチレンテレフタレート (P E T) にすること以外は、実施例 1 と同様にして積層未延伸フィルムを作成した。

【0 1 2 0】

次いで、実施例 1 と同様にして、逐次 2 軸延伸方式で厚さ 5 μ m の積層ポリエステルフィルムを得た。

【0 1 2 1】

この積層ポリエステルフィルムの特性は、表 2 に示したとおり、磁気記録媒体用途のフィルムとして劣るものであった。

【0 1 2 2】

比較例 3

実施例 1 と同様にして、表 1 のように A 層のポリエーテルイミドの含有量を変更 (A7) して、2 軸配向フィルムを得た。

【0 1 2 3】

このポリエステルフィルムの特性は、表 2 に示したとおり、磁気記録媒体用途のフィルムとして劣るものであった。

【0 1 2 4】

比較例 4

実施例 1 と同様にして、ポリプロピレン（10 重量％）とポリエチレンテレフタレート（90 重量％）のブレンドチップ(A8)を作成した。これを、押出機 1 台を用いて、積層を行わずに未延伸フィルムを得た。

【0125】

この未延伸フィルムをロール式延伸機にて長手方向に 1 段で、温度 100℃で 3.4 倍延伸し、さらに、テンターを用いて、幅方向に温度 95℃で 4.3 倍延伸して、2 軸延伸フィルムを得た。

【0126】

このポリエステルフィルムの特性は、表 2 に示したとおり、磁気記録媒体用途のフィルムとして劣るものであった。

【0127】

【表 1】

	A層の 7 含有率 の 71/72 (重量%) :符号	B層の 7 (基層部) :符号	A層粒子 粒子種 /粒径 (μm) /含有量 (wt%)	ヤング率 (GPa) 長手方向 /幅方向	熱収縮率 (%) 長手方向 /幅方向	71/72 成 A層厚 さ (μm)	A層側表面 の高さ 2~50 μm の 突起個数 (万個/ mm^2)	A層側表面 の高さ 50 μm 以上 の突起個数 (個/ mm^2)
実施 例 1	の 71-72 / の 71/72 ト (=20/80) :A1	の 71/72 テレテレ ト :B1	粒子 無し	6.4/5.2	1.6/0.2	A1/B1/C1 0.5	800	50
実施 例 2	の 71-72 / の 71/72 ト (=30/70) :A2	の 71/72 テレテレ ト :B1	粒子 無し	5.5/6.2	1.4/0.6	A2/B1/C1 0.25	1500	150
実施 例 3	の 71-72 / の 71/72 ト (=40/60) :A3	の 71/72 テレテレ ト :B1	粒子 無し	7.1/4.5	1.2/0.2	A3/B1/A3 0.3	2000	800
実施 例 4	の 71-72 / の 71/72 ト (=20/80) :A4	の 71/72 テレテレ ト :B2	粒子 無し	7.5/7.6	0.2/0.2	A4/B2 1.0	5000	2000
実施 例 5	の 71-72 / の 71/72 ト (=10/90) :A5	の 71/72 テレテレ ト :B2	粒子 無し	8.0/7.1	0.25/0.18	A5/B2/C1 0.5	4500	2600
比較 例 1	の 71/72 テレテレ ト :B1	の 71/72 テレテレ ト :A1	粒子 無し	6.6/5.1	1.5/0.4	B1/B1/B1 0.3	50	200
比較 例 2	の 71/72 テレテレ ト :A6	の 71/72 テレテレ ト :B1	粒子 無し	6.8/4.5	1.2/0.1	A6/B1/C1 0.1	400	40000
比較 例 3	の 71-72 / の 71/72 ト (=70/30) :A7	の 71/72 テレテレ ト :B1	粒子 無し	5.4/6.3	1.4/0.4	A7/B1/A7 0.8	10000	8000
比較 例 4	の 71-72 / の 71/72 ト (=10/90) :A8	A層単層	粒子 無し	4.0/4.5	0.8/0.1	単層B3 14.0	8000	210000

【0128】

【表 2】

	ヘッド走行性 A層側表面 の摩擦係数 (μ K)	電磁変換特性 C/N (dB)		ドロップアウト (個/分)		電磁 変換 特性	ドロップ アウト	磁気 テープの 走行 耐久性
		初期	200回 走行後	初期	200回 走行後			
実施例 1	0.68 ○	+4.6 ○	+4.1 ○	3 ○	8 ○	○	○	○
実施例 2	0.61 ○	+4.3 ○	+4.0 ○	2 ○	5 ○	○	○	○
実施例 3	0.56 ○	+3.9 ○	+3.8 ○	0 ○	4 ○	○	○	○
実施例 4	0.49 ○	+3.5 ○	+3.3 ○	8 ○	18 ○	○	○	○
実施例 5	0.46 ○	+3.2 ○	+3.1 ○	18 ○	25 ○	○	○	○
比較例 1	測定不可 0.8以上 ×	+5.3 ○	+0.5 △	4 ○	85 ×	△	×	×
比較例 2	0.7 ○	+1.8 △	+0.5 △	30 ○	65 ×	△	×	△
比較例 3	0.35 ○	-0.6 ×	-0.3 ×	45 △	60 ×	×	×	○
比較例 4	0.28 ○	-4.5 ×	-4.5 ×	310 ×	340 ×	×	×	○

【0 1 2 9】

【発明の効果】

本発明で開示するポリエステルと特定の熱可塑性樹脂のポリマーアロイを用い、表面の微細突起の突起高さと突起個数を規定した2軸配向フィルムは、電磁変換特性と走行耐久性、および磁気ヘッドの走行性の点でも優れたベースフィルムであり、その工業的価値は極めて高い。

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 フィルム表面に均一で微細な突起を高密度に形成し、特に、磁気記録媒体用として、電磁変換特性、走行耐久性、磁気ヘッドの走行特性などに優れた高品質の2軸配向フィルムを提供すること。

【解決手段】 ポリイミド、ポリスルホン、ポリエーテルスルホンの中から選ばれる少なくとも1種の熱可塑性樹脂（ポリマ1）とポリエステル（ポリマ2）とのポリマーアロイからなり、少なくとも1方の表面に突起高さ2～50 nmの微細突起を100万～9000万個/mm²有することを特徴とする2軸配向フィルム。

【選択図】 なし

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000003159]

1. 変更年月日 1990年 8月29日
[変更理由] 新規登録
住 所 東京都中央区日本橋室町2丁目2番1号
氏 名 東レ株式会社
